

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11)特許出願公表番号

特表平7-502778

第3部門第3区分

(43)公表日 平成7年(1995)3月23日

(51)Int.Cl.
C 0 9 K 3/14
B 2 4 D 3/00
C 0 8 L 71/02

識別記号 庁内整理番号
5 5 0 E 9049-4H
3 2 0 Z 7613-3C
L Q D 9167-4J

F 1

審査請求 有 予備審査請求 有 (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平5-519224
(86) (22)出願日 平成5年(1993)1月5日
(85)翻訳文提出日 平成6年(1994)10月27日
(86)国際出願番号 PCT/US93/00046
(87)国際公開番号 WO93/22103
(87)国際公開日 平成5年(1993)11月11日
(31)優先権主張番号 874, 654
(32)優先日 1992年4月27日
(33)優先権主張国 米国 (US)

(71)出願人 ロデール インコーポレーテッド
アメリカ合衆国 デラウェア州 19713
ニューワーク ベレーヴロード 451 ダ
イヤモンド ステート インダストリアル
パーク
(72)発明者 ブランカレオニ グレゴリー
アメリカ合衆国 デラウェア州 19702
ニューワーク フォーシーズンズドライブ
1-7
(74)代理人 弁理士 辻本 一義

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 表面を研磨及び平坦化する組成物と方法

(57)【要約】

加工品の表面を研磨又は平坦化するために用いる研磨組成物で、約30%から約50%の酸化セリウム、約8%から約20%のヒュームドシリカ、および約15%から約45%の沈殿シリカから成る。その組成物を使い加工品の表面を研磨又は平坦化するための方法、およびこの方法のより製造される製品。

特表平7-502778 (2)

特許請求の範囲

1. 加工品の表面を研磨又は平坦化する際に用いられる、約30%から約50%の酸化セリウム、約8%から約20%のヒュームドシリカ、および約15%から約45%の沈澱シリカから成る研磨組成物。
2. 約42.5%から約48.0%の酸化セリウム、約17%から約19%のヒュームドシリカ、および約35%から約39%の沈澱シリカから成る請求項1記載の組成物。
3. 約4.5%の酸化セリウム、約18%のヒュームドシリカ、および約37%の沈澱シリカから成る請求項1記載の組成物。
4. 酸化セリウムが約100ナノメートルから約2,000ナノメートルの粒子サイズを有し、ヒュームドシリカが約10ナノメートルから約1,200ナノメートルの粒子サイズを有し、さらには沈澱シリカが約25ナノメートルから約4,000ナノメートルの粒子サイズを有する請求項1、2又は3記載の組成物。
5. 酸化セリウムが約100ナノメートルから約500ナノメートルの粒子サイズを有し、ヒュームドシリカが約1ナノメートルから約40ナノメートルの粒子サイズを有し、さらには沈澱シリカが約50ナノメートルから約2,000ナノメートルの粒子サイズを有する請求項1、2又は3記載の組成物。
6. 酸化セリウムが約100ナノメートルから約300ナノメートルの粒子サイズを有し、ヒュームドシリカが約10ナノメートルから約30ナノメートルの粒子サイズを有し、さらには沈澱シリカが約100ナノメートルから約300ナノメートルの粒子サイズを有する請求項1、2又は3記載の組成物。
7. 水、および、約5重量%から約20重量%の請求項1記載の研磨組成物からなる加工品を研磨又は平坦化するための水性スラリー。
8. 酸化セリウムが約100ナノメートルから約2,000ナノメートルの粒子サイズを有し、ヒュームドシリカが約10ナノメートルから約1,200ナノメートルの粒子サイズを有し、さらには沈澱シリカが約25ナノメートルから約4,000ナノメートルの粒子サイズを有する請求項7記載の水性スラリー。

10. 水、および、約10重量%から約15重量%の請求項3記載の研磨組成物からなる加工品を研磨又は平坦化するための水性スラリー。
11. 酸化セリウムが約100ナノメートルから約300ナノメートルの粒子サイズを有し、ヒュームドシリカが約10ナノメートルから約30ナノメートルの粒子サイズを有し、さらには沈澱シリカが約100ナノメートルから約300ナノメートルの粒子サイズを有する請求項18記載の水性スラリー。
12. オクチルフェニルエチレンオキシド、ノニルフェニルエチレンオキシド、オクチルフェノキシポリエトキシエタノール、ポリオキシエチレン(10)オクチルフェノール・エーテル、ノニル・フェノール・ポリエーテル、ポリオキシエチレン(20)ソルビタン・モノオレイン酸塩、ポリ(オキシエチレン・2-エタノディイール)・アルファ(ノニルフェニール)オメガヒドロキシ、脂肪族エトキシル酸塩、カルボキシル酸ポリアミン・アミドの塩、陰イオン又は陽イオン性の特性を持つポリマーのアルキルアンモニウム塩、ポリカルボキシル塩、アクリル酸共重合体およびこれらの物質の調合剤から選択される請求項19記載の水性スラリー。
13. 酸性または堿基性物質が、組成物のpHを約4から約12に維持するために、さらに酸性または堿基性物質を含む請求項8記載の水性スラリー。
14. 酸性または堿基性物質が、組成物のpHを約5から約11.4に維持する請求項13記載の水性スラリー。
15. 酸性物質が塩酸、硝酸、硫酸および硫酸から選択され、堿基性物質が水酸化カリウム、水酸化アンモニウムおよびエタノールアミンから選択される請求項13記載の水性スラリー。
16. 水、および、約10重量%から約15重量%の請求項2記載の研磨組成物からなる加工品を研磨又は平坦化するための水性スラリー。
17. 酸化セリウムが約100ナノメートルから約500ナノメートルの粒子サイズを有し、ヒュームドシリカが約7ナノメートルから約40ナノメートルの粒子サイズを有し、さらには沈澱シリカが約50ナノメートルから約2,000ナノメートルの粒子サイズを有する請求項16記載の水性スラリー。

26. 請求項21の方法によって製造される研磨された加工品。

特許平7-502778 (3)

明細書

表面を研磨及び平坦化する組成物と方法

発明の分野

本発明は、種々の加工品の表面、例えば半導体の表面の研磨および平坦化に有用な組成物、ならびにその使用法とこれらの組成物により生産される製品に関するものである。

発明の背景

種々の加工品の表面に有用な組成物は、当業界では良く知られている。半導体、ガラス、クリスタル、セラミックおよびセラミック加工品の表面に使用される従来の研磨組成物は、一般的に適切な研磨剤またはこれら研磨剤の調合物の水性スラリーから成る。周知の研磨剤には、酸化セリウム、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛、二酸化シリコン、酸化チタン等が含まれる。これらの研磨剤を含有する組成物は、一般にまず当該組成物を研磨パッド又は研磨されるべき表面に塗布 (applying) することにより使用される。研磨パッドが次いで表面に用いられ、これが組成物内部に含まれる研磨粒子に表面を機械的に研磨させ、この結果として研磨作用をもたらす。しかしながら、このような従来の研磨組成物では、半導体および超小型電子構成部品技術に要求される、鏡面のような高度に平坦な表面を生ずることはできない。さらに、従来の研磨組成物は、他の加工品を研磨する場合には、劣悪な研磨率および劣悪な表面品質のような欠点を暴露している。例えば、このような組成物で研磨されたガラス、金属、半導体等の表面は曇り、染み、引っかき傷、オレンジピール (orange peel)、起伏、切り込み、メサ (mesa) のような様々な欠陥を呈する。

従って、研磨組成物の効率および品質を改善する試みが今までなされてきた。これらの分野における改善のための2つの方法は、種々の研磨剤を組み合せること、又は、種々の補助剤を組成物に添加すること、あるいはその両方を行うことに向かってきた。

研磨粒子の特定の組み合せから成る研磨組成物が、例えば、少なくとも1つの酸化セリウムの結晶相および希土ビロケイ酸塩から成る研磨組成物を示すものである。

や形状の溝、穴および窪みを含むであろう、事前設定された平坦レベル (planer level) まで研磨される。このような研磨後、半導体の製作は、化学蒸着法、蒸着を介するメタライズ処理、フォトリソグラフィックパターン形成、拡散、エッチング等のような、当業者が熟知する種々の他の手順により継続される。

よりすぐれた効果をもたらすためには、用意された半導体加工品表面を研磨および平坦化するのに用いられる組成物は、高研磨品質を保つ極めて平坦で水平な表面、すなわち、平坦面 (planer face) をもたらさなければならない。しかしながら、従来の研磨作業とは異なり、平坦面を作るには、研磨作業は加工品の水平表面に限定されなければならない。かつその表面の下の形状、形態、または構造、あるいはその全てに影響してはならない。このような選択的研磨作業のみが、所望の平坦面をもたらすことになる。従来の研磨組成物は、加工品表面の上下、内部の特定領域を研磨することで単に不均質で起伏のある表面を作るため、このような手順には不適当である。不可能でないにせよ、研磨組成物が加工品の下部構造に悪影響を及ぼさない、円滑で欠陥のない表面を得るために従来の研磨剤を使用するのは困難であることが証明されている。

構成部品の層がシリコン、セラミックその他の绝缘体加工品の微小なチップ内で連結された、半導体およびマイクロエレクトロニクス構成部品製作の特殊分野においては、極めて平坦な表面が多くのレベルで要求される。さもなければ、半導体その他の電子の機能はそれが無価値になる点まで悪影響を受けることになる。この結果、このような電子を製造するためには多くの超微小加工手順および付随する労力と機器が、平坦化技術が十分に平坦な表面を作れなかつたために不良になるたった一つの要因によって無駄になる。

従って、平坦で欠陥のない表面を作る、改善された研磨率で改善された研磨作業をもたらす組成物、ならびにこのような組成物の使用法に対して待望久しい需要があることが理解できる。本発明は、このような待望久しい需要を満足させるものである。

発明の要約

本発明の態様の一つは、約30%から約50%の酸化セリウム、約8%から約

国特許第4, 601, 756号に開示されている。米国特許第4, 786, 325号は、酸化セリウムおよび少なくとも希土ランタンナイトやイットリウムの一酸化物から成るガラス研磨組成物を開示している。同様に、米国特許第4, 169, 073号は酸化セリウム、3種セリウム塩および任意にビロケイ酸塩やシリカを含む、有機ガラスの表面を研磨するセリウム基剤研磨組成物を開示している。

研磨組成物に補助剤を使用の実例は、例えば水、研磨剤および研磨剤による金属表面の研磨効率を促進するための塩又は塩の組み合せを含む、金属表面研磨に有効な組成物を開示する米国特許第4, 959, 113号に開示されている。同様に、米国特許第4, 452, 188号は、コロイド状シリカゲルまたはゲル、水溶性アミンおよび水溶性第四アンモニア塩または塩基から成る研磨組成物を開示している。米国特許第4, 588, 421号は、水性コロイド状シリカ溶液ゲルおよびビペラジンを含む、シリコンウェーハを研磨するのに有効な組成物を開示している。ビペラジンの添加が、歴ある利点のうちの研磨効率の増大をもたらすことが開示されている。米国特許第4, 954, 142号は、構成部品表面に研磨粒子、遷移金属キレート化塩および溶液から成るスラリーを接触させる段階を備える、電子構成部品を研磨する方法を開示している。この特許はさらに、この研磨粒子が、シリカ、酸化セリウム、アルミナ、炭化シリコン、酸化第二鉄等の一般に使用されているもののいずれでもよいことを開示している。

しかしながら、このような研磨剤の組み合せおよび補助剤の添加によっても、従来の研磨組成物では、現代の半導体およびマイクロエレクトロニクス技術に要求される平坦化された表面 (planarized surfaces) を作ることができない。

半導体および他の超小型電子構成部品の製作には、一般に超大規模集積回路 (VLSI) や超大規模集積回路 (USSI) を含む、数多くの相互連結された構成部品層を組み立てることを必要とする。従って、半導体を研磨および平坦化するのに有効な組成物は、表面およびその下方の双方で相互連結された高密度集積回路の多層基板から成る場合、非等方、差成表面を研磨することが可能でなければならない。半導体の製作に際しては、集積回路が直接焼成された層を備える連造物が、多様なサイズ、形状および硬度の構成部品ならびに種々の深さ

20%のヒュームド (fumed) シリカおよび約15%から約45%の沈殿 (precipitated) シリカから成る。加工品表面の研磨又は平坦化に用いられる研磨組成物である。本発明の他の態様は、加工品を研磨又は平坦化する水性スラリーである。本水性スラリーは水および重量比で約5%から約20%の本研磨組成物から成る。

本発明のさらには他の態様は、以下の段階を経る加工品の研磨又は平坦化の方法である。

(a) 本研磨組成物の水性スラリーを、研磨又は平坦化されるべき加工品の表面に塗布 (applying) する段階、及び。

(b) 水性スラリーによって、加工品表面を機械的および化学的に事前設定された程度まで研磨することにより、加工品表面を研磨又は平坦化する段階。

本発明はまた、ここに開示および説明された研磨又は平坦化の方法を用いて製作される製品に関する。特に望ましいのは、ここに示す方法を用いて製作される平坦化半導体製品である。

定義

ここに使用される「粒子サイズ」は、粒子の平均直徑を、あるいは粒子が実質的に球形でない場合は、粒子の平均最大寸法を示す。

ここで用いられる「パーセント」あるいは「%」は、他の指定がない限り、あるいはそれが用いられている文脈から明らかでない限り、本組成物中の研磨剤成分の全重量に対する表示成分の重量による百分比を示す。

好ましい実施例の詳細な説明

本発明の研磨組成物は約30%から約50%の、好ましくは約42. 5%から約48. 0%の酸化セリウム成分を含有する。最も好ましくは、本組成物は約4. 5%の酸化セリウムを含有する。本組成物で用いられる酸化セリウムは、約10. 0ナノメートルから約2. 000ナノメートル、好ましくは約100ナノメートルから約500ナノメートルの粒子サイズを有する。最も好ましくは、酸化セリウムは、約100ナノメートルから約300ナノメートルの粒子サイズを有する。

ものとする。本組成物中に用いられる酸化セリウムは、トリウムのような放射性元素を含まずに、好ましくは少なくとも約99.9%の純度で、化学的に精製されることが好ましい。

本発明の研磨組成物はさらに、約8%から約20%の、好ましくは約17%から約19%のヒュームドシリカ成分を含有する。ヒュームドシリカは、幾つかの企業から市販されている。一般にはヒュームドシリカ（ヒュームド二酸化シリコン）は、四塩化シリコンのような揮発性シラン化合物の加水分解により、酸素・水素混合ガスの炎中で製造される。その製造技術は周知であり、文献化されてもいる。最も好ましくは、本研磨組成物は約18%のヒュームドシリカを含有するものとする。本組成物で用いられるヒュームドシリカは、約10ナノメートルから約1、200ナノメートルの、好ましくは約7ナノメートルから約40ナノメートルの、最も好ましくは約10ナノメートルから約30ナノメートルの粒子サイズを有するものとする。

本組成物はまた、約1.5%から約4.5%の、好ましくは約3.5%から約3.9%までの沈殿シリカを含有するものとする。沈殿シリカもまた、幾つかの企業から市販で入手できる。一般的に、沈殿シリカ（沈殿二酸化シリコン）は、ナトリウムケイ酸塩（水ガラス）のようなアルカリケイ酸塩溶液を、硫酸のような硫酸と、一般的にアルカリ反応の状態下で反応させることにより製造される。シリカは、沈殿により形成される主要な反応生成物である。そのシリカが結晶、洗浄、乾燥され、次いで他の反応生成物から分離される。これら手順のすべてが当業者に周知の慣習的技術である。好ましくは、本組成物は約3.5%から約3.9%の、最も好ましくは約3.7%の沈殿シリカ成分を含有するものとする。本研磨組成物で有効な沈殿シリカは約2.5ナノメートルから約4、000ナノメートルの、好ましくは約50ナノメートルから約2,000ナノメートルの粒子サイズを有する。最も好ましくは、沈殿シリカは約100ナノメートルから約300ナノメートルの粒子サイズを有するものとする。沈殿シリカはそれに約1%以下のナトリウムを含有する程度の純度を有することがさらに好ましい。

本発明に従う現在より好ましい組成物は、粒子サイズが約100ナノメートルから約2,000ナノメートルの酸化セリウムを約4.5%、粒子サイズが約10

ナノメートルから約1,200ナノメートルのヒュームドシリカを約1.8%、さらには粒子サイズが約25ナノメートルから約4,000ナノメートルの沈殿シリカを約3.7%含有するものとする。

本発明は、望ましい成果を挙げるためには、ヒュームドシリカと沈殿シリカの双方が、酸化セリウム（セリア）と組み合わせて用いられなければならないという重大な発見に基づく。これら2種の異なるタイプのシリカの異なる性質は、酸化セリウムも加えて、その理由が現在解明されていないにも関わらず、本発明の研磨組成物および水性スラリーの研磨能力を高める要因である。これは3種の研磨剤、即ち、酸化セリウム、沈殿シリカおよびヒュームドシリカの組み合わせであり、その組み合わせが本研磨用組成物に優れた平坦化能力を与えている。本発明の水性スラリーは、酸化セリウムのみ、ヒュームドシリカのみ、又は沈殿シリカのみ、あるいはこれら3種の研磨成分の内2種のみの組み合わせの水性スラリーに比較して、より優れた研磨および平坦化能力を有する。本発明におけるこれらの特徴的な研磨剤の組み合わせが、より優れた平坦化作用に導く相乗効果をもたらす。

加工品表面の研磨および平坦化のため使用されるとき、本組成物は、本組成物と水から成る水性スラリーの形で用いられる。本発明の組成物から成る水性スラリーは、当業界の技術者にとって明白な適切な方法で調製される。しかしながら、本組成物は、適量の水が入った適切な容器に研磨組成物の固形成分を添加して、高出力、高速剪断ブレンダー又はホモジナイザー等により混合することで調製されることが好ましい。混合又は混合は、均質な組成物が得られるまで続けるものとする。

本研磨組成物と水から成るスラリーは、種々の界面活性剤化合物又は界面活性剤化合物の混合物をさらに含むことができる。界面活性剤化合物は触媒剤として作用し、その結果本組成物の調製を促進する。界面活性剤の添加は、本研磨組成物を含有する水性スラリーがテキソトロピー組成物の形をとることを許容するよう作用する。さらに、界面活性剤化合物は「引っかき傷防止」効果を研磨又は平坦化されている加工品表面に与え、これにより研磨剤により生じる表面欠陥の程度をさらに軽減する考えられる。

平坦化する方法に関するものである。

このような方法に用いられると、本組成物は、事前に設定された所望の程度まで加工品表面を機械的および化学的に研磨および溶解するよう作用する。本組成物は、加工品の水平表面にのみ作用して加工品の下方結晶形態および構造に悪影響を及ぼすことなく平坦で平滑な無欠陥の表面をつくる。

加工品表面を研磨又は平坦化するために用いられるとき、本組成物は最終固体濃度として重量比で本研磨組成物の約5%から約20%の固体濃度を有する水性組成物として一般的に用いられる。最も好ましくは、組成物は重量比で約10%から約16%の最終固体濃度を有するものとする。

限定されることなく様々な加工品を研磨するのに使用されるものの、本方法は半導体の製作に際して相互接続された集積回路の表面を研磨又は平坦化するのに使用すると都合が良い。本組成物は、多様なサイズ、形状および硬度の構成部品ならびに溝、穴および窪みを含むであろう絶縁層を事前に設定された平坦レベル（プレナーレベル）まで研磨するため用いられる。一旦非晶質（amorphous）シリカのような絶縁層の研磨が完了すれば、タンゲステンのような導体層が化学蒸着法等により累積表面に蒸着される。この表面が次いで所望の程度までさらに平坦化あるいは研磨される。

このようにして、本組成物は複合的で非均質的な半導体ウェーハの表面を研磨又は平坦化し、半導体技術に必要な程度で平坦で水平な表面をつくるのに用いることができる。本組成物は、その上面にいかなる加工品の部分も必要とせず、その下面に欠陥のない電子構成部品が存在する、事前に設定された平坦レベルを有する半導体ウェーハの表面を研磨するのに用いることができる。その表面をこの平坦レベルより下にあるウェーハに有する欠陥を実質的に生じることなく平坦レベルまで平坦化できる。このようにして、本方法は、加工品の表面が複数のステップと、そのステップの間に複数の切れ目を備える、電子素子集積密度が比較的小ない領域と比較的多い領域とを有する半導体ウェーハを研磨又は平坦化するため使用できる。

一般的に、本発明の方法を実施する際に、本組成物は適切な研磨パッドに塗布（applied）される。そのパッドが次いで、十分な時間、十分な圧力で加工品表面

界面活性剤化合物は、スラリー組成物の重量を基に、スラリー組成物中約0.01%から約2.0%、好ましくは約0.015%から約0.15%の量が含まれてよい。適切な界面活性剤化合物は、当業者に周知の数多くの非イオン、陰イオン、陽イオン又は両性イオン界面活性剤のいずれかを含んでいる。特定用途への適切な界面活性剤の使用は、本開示によって当業者に明らかになるであろう。しかしながら、オクチルフェニルエチレンオキシド、ノニルフェニルエチレンオキシド、オクチルフェニルキシボリエトキシエタノール、ポリオキシエチレン（10）オクチルフェノール・エーテル、ノニル・フェノール・ポリエーテル、ポリオキシエチレン（20）ソルビタン・モノオレイン酸塩、ポリ（オキシー-1,2-エタンディイール）-アルファ（ノニルフェニール）オメガヒドロキシ、脂肪族エトキシル酸塩、カルボキシル酸ポリアミン・アミドの塩、陰イオン又はイオン性の特性を持つポリマーのアルキルアミノニウム塩、ポリカルボキシル酸、アクリル酸共重合体およびこれらの物質の混合物が界面活性剤として用いられるのが好ましい。最も好ましくは、非イオン性界面活性剤、オクチルフェニルキシボリエトキシエタノールが本組成物における界面活性剤として用いられるものとする。この界面活性剤は、ロームアンドハース社（Rohm and Haas Co.）の「TRITON® X-102」として市販されている。

一般に、本組成物の水性スラリーは、約4から約12のpHに、好ましくは約6から約11、4のpHに維持されるべきである。望ましい範囲内にpHを維持するために、本組成物はさらに、適切な酸性または塩基性物質を、pHを維持するのに適切な量含むことができる。本組成物中で用いられる適切な酸性または塩基性物質の実例は、塩酸、硝酸、磷酸、硫酸、水酸化カリウム、水酸化アンモニウム又はエタノールアミン等である。適切な酸性および塩基性物質ならびに特定用途のためのそれらの適切量は、本開示によって当業者に明らかとなるであろう。

本発明はさらに、（a）本研磨組成物の水性スラリーを、研磨又は平坦化されるべき加工品の表面に塗布（applying）する段階と、（b）水性スラリーによって、加工品表面を機械的および化学的に事前に設定された程度まで研磨することにより、加工品表面を研磨又は平坦化する段階とを備えた、加工品表面を研磨又は

特表平7-502778 (5)

面に十分近接して置かれて、事前に設定された程度まで加工品の表面を機械的に研磨することでその表面を研磨又は平坦化する。適切な研磨パッドには、本発明の特許受人であるロデール社 (Rodel, Inc.) からともに入手可能な、 Rodel - I C 研磨パッドおよび SUBA - I V 研磨パッド等がある。本組成物は、カリフェルニア州サンノイビスボの R. Howard Strasbaugh Inc. で製造されている R.H. Strasbaugh 6 D S - S P Planarizer、又はアリゾナ州フェニックスのウェスティックシステム社 (Westech Systems Inc.) の Westech Model 372 自動ウェーハ研磨装置のような、従来のどんな研磨又は平坦化装置でも使用可能である。

本発明につき、以下に実施例をあげて説明するが、それに限定されるものではない。

実施例

実施例 1

下記表 I に列挙された種々の研磨組成物を有する 7 つのサンプル組成物を調製した。すべてのサンプルに使用した酸化セリウムは、ローナーブーランベーシックケミカル社 (Rhône-Poulenc Basic Chemicals Co.) から入手可能な、粒子サイズが 300 ナノメートルから 500 ナノメートルの「OPALINE」酸化セリウムである。すべてのサンプルに使用したヒュームドシリカは、デグゼ社 (Degussa Corporation) から入手可能な、粒子サイズが 15 ナノメートルから 25 ナノメートルの「AEROSIL」シリカであった。すべてのサンプルに使用した沈澱シリカは、デグゼ社から入手可能な、粒子サイズが 300 ナノメートルから 500 ナノメートルの「2215」であった。

サンプル研磨組成物の水性スラリーは、表 I に列挙した比率の総量 100 g の適切な研磨成分を、高速剪断調合機中で脱イオン化された 900 g の水に添加することにより調製した。次いですべてのサンプルに、0.14 g の非イオン性界面活性剤オクチルフェノキシポリエトキシエタノールの「TRITON® X-102」を添加した。これらのサンプルは、ウェーリング ラボラトリーブレンダーあるいはモジナイザー (Waring Laboratory Blender or Homogenizer) 中で、直温で

2	0	100	0	2	2.5	3	3.5
3	0	0	100	2	2.5	3	3.5
4	45	55	0	1800	1600	1300	1100
5	45	0	55	1800	2100	2150	2000
6	0	36	64	2	2.5	3	4
7	45	18	37	1800	2200	4500	3100

* 表示研磨組成物サンプルの重量に基づく表示濃度を有するスラリーを用いる。

表 I にみられるように、酸化セリウム、ヒュームドシリカおよび沈澱シリカの組み合わせから成る本組成物水性スラリーは、これらの研磨剤が同一の固体濃度で単独に、もしくは他の組み合わせて水性スラリー中に用いられる場合よりも、著しく多量の材料を除去する。さらに、ヒュームドおよび沈澱シリカを単独で、又は両者の組み合わせで含有する組成物は、比較的少量の材料しか除去しないことがみて取れる。

上述した測定を完了した後、明るい照明下でウェーハ表面を肉眼で目視することにより、および表面を倍率 100 の暗視野顕微鏡で調べることにより、染み、引っかき傷、表面欠陥等の存在について検査した。検査されたウェーハ表面には染み、引っかき傷その他の異常欠陥はみられなかった。

次いで被研磨ウェーハ表面の平坦度 (degree of planarity) を、カリフェルニア州マウンテンビューのテンコール社 (Tencor Corp.) から入手できる、ウェーハ表面を走査する超精密探針の高さの変位変化を測定する「ALPHASTEP 200 PROFILOMETER」により検査した。この計測器は、約 2.000 ミクロンの高さを

約 3 分間、完全に複合した。

次いで各サンプルを個別に、加工品の研磨に用いた。研磨された加工品は、平坦化路線成要素 (planar circuitry) がある、直径 6 インチのシンコンウェーハであった。研磨パッドに供給した本スラリー組成物は、チキソトロピー的 (thixotropic) かつ撓動的であった。研磨成分は沈澱せずに懸濁状態を保ち、従って攪拌する必要がなかった。スラリー組成物は直温で用いられた。

各サンプル組成物を、個別にウェーハに塗布した。ウェーハとサンプル組成物を次いで研磨パッドが装備された Strasbaugh 6C 研磨機にセットした。研磨パッドは、Rodel SUBA IV 研磨パッドにマイラーシート (Mylar sheet) を積層し、さらにその上に Rodel IC-60 研磨パッドを積層して成る。Rodel IC-60 および Rodel SUBA IV パッドは、ロデール社から入手できる。次いでウェーハを、7 psi の一定圧力で 2 分間研磨した。研磨組成物を毎分 150 ml の一定流量で研磨装置に供給した。

各サンプル組成物を、下記の表 I に列挙されたような、4 種の異なる最終固体濃度で試験した。特に、各サンプル組成物を 5%、8%、10% および 12% の最終固体濃度では試験した。これらの濃度範囲は、ウェーハには塗布された最終組成物における固体の総量を示す。上記条件下での研磨後、ウェーハから除去された材料の量をそのオングストローム単位で計測し、作表した。その結果を表 I に示す。

表 I

サンプル 番号	研磨組成物 (重量%)				最終去量オングストローム			
	酸化 セリウム	ヒューム ドシリカ	沈澱 シリカ	5%	8%	10%	12%	
1	100	0	0	1800	1850	1900	1900	

走査する。各被研磨ウェーハ表面につき、元のフィーチャー (feature) の高さと比較して、平坦度からの偏差をオングストローム単位で分析した。各被研磨ウェーハ表面の、元のフィーチャー (feature) の高さと比較した平坦度からのオングストローム単位による偏差を下記の表 II に示す。

表 II

サンプル	平坦度からの偏差 (単位オングストローム)			
	5%	8%	10%	12%
1	1800	1250	1825	1800
2	10000	12000	11000	12000
3	12000	11500	12000	12000
4	1600	1200	1400	1200
5	1100	1000	1200	900
6	12000	11500	11500	11500
7	650	480	215	380

上の表 II に示されたデータからわかるように、本組成物は、同じ固体濃度において、研磨剤のうちの任意の単独の 1 種、または 2 種の研磨剤のみの組み合わせから成る組成物に比べて、元のフィーチャー (feature) の高さからの平坦度が著しく低い偏差を実証している。

持表平7-502778 (6)

本発明は、その精神又は本質的属性から逸脱することなしに、他の特許形で実施することができる。従って、本発明は、前述の記載よりもむしろ、発明の範囲を示している添付の特許請求の範囲によるものである。

相正書の写し（翻訳文）提出書
(特許法第184条の8)

平成6年10月27日

特許庁長官　高島　京　設

1. 特許登録の表示 PCT/US93/00046

2. 発明の名称 表面を研磨及び平坦化する組成物と方法

3. 特許出願人

住所 アメリカ合衆国 デラウェア州 19713

ニューワーク ベレーヴロード 451

ダイヤモンド ステート インダストリアル パーク

名称 ロデール インコーポレーテッド

代表者 バディンガー ダブリュー. デイ. -

1. 代理人

番542 大阪市中央区谷町9丁目1番22号

NK谷町ビル13階

☎ 大阪(06)763-7130番

(7221) 办理士 辻本一

5. 指正書の提出年月日

1993年11月16日

6. 添付書類の目録

(1) 指正書の写し (訳文)

〔若し號えられた篆文特許請求の範囲 第29回の細説〕

(a) 請求項 7 ないし 20 のいずれかの水性スラリーを、研磨又は平坦化する加工品の表面に笠布する段階、

(b) 水性スラリーによって、ある程度まで加工品の表面を繊維的および化学的に研磨することによって、加工品表面を研磨又は平坦化する段階。

2.2. さらに、水性組成物をパッドに笠布する段階と、次いで加工品を研磨または平坦化するに十分な時間、十分な圧力でパッドを加工品表面に十分接近させる段階からなる請求項 2 1 記載の方法。

2.3. 加工品が電子素子無積密度が比較的少ない領域と比較的多い領域とを有する半導体ウェーハであり、ウェーハの表面が複数のステップと、そのステップの少なくとも幾つかの間に複数の切れ目を有する請求項 2 2 記載の方法。

2.4. 半導体ウェーハの表面が、その上面にいかなる加工品の材料も必要とせず、その下間に留ましくは欠陥のない電子構造部品が存在する、ある平坦レベルを有するもので、

国際特許申告		International application No. PCT/US93/00048
(1) of documents DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Foreign	Country of document, with indication where appropriate, of the relevant passage	Reference to claim No.
X	US,A, 4,959,813 (Roberts) 25 September 1990 US,A, 5,026,421 (LeLouer et al) 25 June 1991 see col. 3, 11, 27-34, col. 4, 7-13, col. 6, 11, 66-68, bridged with col. 7, 11, 1-16, col. 7, 13, 24-49 and 11, 20-27.	1-26

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) of 1992-10-12

フロントページの続き

(81) 指定国 EP(AT, BE, CH, DE,
DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, M
C, NL, PT, SE), OA(BF, BJ, CF, CG
, CI, CM, GA, GN, ML, MR, SN, TD,
TG), AU, BB, BG, BR, CA, FI, HU,
JP, KP, KR, LK, MG, MN, MW, NO, N
Z, PL, RO, RU, SD

(72) 発明者 ジエンセン エルミール ダブリュー.
アメリカ合衆国 デラウェア州 19713
ニューキャッスル サウスデュポンハイウ
エー 325
(72) 発明者 ロバーツ ジョン ヴィー. エイチ.
アメリカ合衆国 デラウェア州 19713
ニューウォーク ウェナークドライブ 3805